

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-212565

(43)Date of publication of application : 11.08.1998

(51)Int.Cl.

C23C 8/24

C23C 8/02

(21)Application number : 09-014018

(71)Applicant : DAIDO HOXAN INC

(22)Date of filing : 28.01.1997

(72)Inventor : KITANO KENZO
MORI TAKESHI
SAEKI TOMOHIKO
SHIRAHATA TOMOKI

(54) NITRIDING TREATMENT AND DEVICE USED THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a nitriding treating device capable of mass-producing treatment with high efficiency at a low cost without generating unevenness in nitriding in a nitriding treatment in which nitriding treatment is executed after fluoriding treatment.

SOLUTION: As to this nitriding treating method, the material to be treated is subjected to fluoriding treatment by holding under heating in a fluorine series gas atmosphere to remove surface oxidized coating, which is thereafter held under heating in a nitriding atmosphere, and nitriding treatment is executed to form a nitriding layer on the surface, and in which, before the nitriding treatment after the fluoriding treatment, the material to be treated is once subjected to temporary nitriding treatment by once holding under heating in a nitriding atmosphere to form a temporary nitriding layer, and the temporary nitriding temp. T2 and the fluoriding treating temp. T1 are allowed to satisfy the relation in the inequality of $T1 \leq T2$.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 18.01.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3428847

[Date of registration] 16.05.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-212565

(43) 公開日 平成10年(1998) 8月11日

(51) Int.Cl.⁶

C 2 3 C 8/24
8/02

識別記号

F I

C 2 3 C 8/24
8/02

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平9-14018

(22) 出願日 平成9年(1997) 1月28日

(71) 出願人 000126115

大同ほくさん株式会社

北海道札幌市中央区北3条西1丁目2番地

(72) 発明者 北野 憲三

兵庫県尼崎市中浜町1番8号 大同ほくさん株式会社尼崎工場内

(72) 発明者 森 剛士

兵庫県尼崎市中浜町1番8号 大同ほくさん株式会社尼崎工場内

(72) 発明者 佐伯 智彦

兵庫県尼崎市中浜町1番8号 大同ほくさん株式会社尼崎工場内

(74) 代理人 弁理士 西藤 征彦

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 窒化処理方法およびそれに用いる装置

(57) 【要約】

【課題】フッ化処理ののち窒化処理を行う窒化法において、窒化むらを生じることなく、しかも、高能率で低コストに量産処理できる窒化処理方法およびそれに用いる装置を提供する。

【解決手段】被処理物をフッ素系ガス雰囲気下での加熱保持によりフッ化処理して表面酸化皮膜を除去したのち、窒化雰囲気下で加熱保持して窒化処理することにより表面に窒化層を形成させる窒化処理方法であって、上記フッ化処理後窒化処理前に、被処理物を一旦窒化雰囲気下で加熱保持して表面に仮窒化層を形成させる仮窒化処理を行う方法であって、上記仮窒化処理温度 T_1 とフッ化処理温度 T_2 とを下記の式(1)の関係にしている。

【数1】 $T_1 \leq T_2$... (1)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 被処理物をフッ素系ガス雰囲気下での加熱保持によりフッ化処理して表面酸化皮膜を除去したのち、窒化雰囲気下で加熱保持して窒化処理することにより表面に窒化層を形成させる窒化処理方法であって、上記フッ化処理後窒化処理前に、被処理物を一旦窒化雰囲気下で加熱保持して表面に仮窒化層を形成させる仮窒化処理を行う方法であって、上記仮窒化処理温度 T_1 とフッ化処理温度 T_2 とが下記の式(1)の関係にあることを特徴とする窒化処理方法。

【数1】 $T_1 \leq T_2$ … (1)

【請求項2】 仮窒化処理温度 T_1 と窒化処理温度 T_2 とが下記の式(2)の関係にある請求項1記載の窒化処理方法。

【数2】 $T_1 \leq T_2$ … (2)

【請求項3】 炉本体内部が開閉可能な隔壁で分割され、フッ化処理室と、このフッ化処理室に上記隔壁を介して連通する窒化処理室と、この窒化処理室に上記隔壁を介して連通する冷却室が形成され、上記フッ化処理室に被処理物を装入する装入扉が設けられとともに、上記冷却室に被処理物が排出される排出扉が設けられ、上記各室の床面に、それぞれ被処理物を上記フッ化処理室から冷却室まで移動可能な状態で支受する支持台が設けられ、フッ化処理室と窒化処理室に、室内加熱手段および雰囲気ガス攪拌手段が設けられ、フッ化処理室にフッ素系ガス供給パイプと排気パイプとが接続され、上記窒化処理室に窒化雰囲気ガス供給パイプと排気パイプとが接続されていることを特徴とする窒化処理装置。

【請求項4】 フッ化処理室に窒化雰囲気ガス供給パイプが接続され、フッ化処理終了後のフッ化処理室に窒化雰囲気ガスを供給して仮窒化処理を行うように構成し、かつ、この仮窒化処理温度 T_1 とフッ化処理温度 T_2 とが上記の式(1)の関係になるように構成した請求項3記載の窒化処理装置。

【請求項5】 フッ化処理終了後の被処理物を窒化処理室に搬送し、窒化処理室で仮窒化処理を行うように構成し、かつ、この仮窒化処理温度 T_1 とフッ化処理温度 T_2 とが上記の式(1)の関係になるように構成した請求項3記載の窒化処理装置。

【請求項6】 仮窒化処理温度 T_1 と窒化処理温度 T_2 とが上記の式(2)の関係になるように構成した請求項4または5記載の窒化処理装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、ボルト、ねじ等のファスナーや、金型、シャフト、ベーン等に用いられる高クロム鋼部品に対して有効な窒化処理方法およびそれに用いる装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 ステンレスや耐熱鋼等の、高クロム鋼

は、耐熱強度や耐食性に優れているため、ボルトやねじ等のファスナー類をはじめ、金型、シャフト、ベーン等、近年ますます需要が増大する傾向にある。

【0003】 このような高クロム鋼部品の表面を硬化させる方法としては、各種の方法があるが、工業的に最もよく用いられているのは、窒素(N)、炭素(C)等の侵入固溶元素を外部から金属表面に浸透させる拡散浸透処理である。このうち、窒素を浸透させる窒化処理は、浸炭等の他の処理に比べて処理温度が低いため、金属部品の歪みや変形が小さく、材料の劣化も少ないという利点を有している。しかしながら、一般に、高クロム鋼の表面は、酸化クロム(Cr_2O_3)を主成分とする不動態皮膜が形成されており、外部からのN原子の浸透が阻止されるため、他の金属に比べて、窒化処理が困難である。特に、 NH_3 ガスを窒化源とするガス窒化法では、良好な窒化層が形成されないという問題があり、実用化されていなかった。

【0004】 そこで、最近では、ガス窒化処理の前に、高クロム鋼をフッ素系ガス雰囲気中で加熱保持してフッ化処理することにより、表面の酸化皮膜(不動態皮膜)を除去するとともにフッ化膜を形成して表面を活性化し、そののち、ガス窒化処理をして窒化層を形成する方法が開発されている。この方法であれば、ガス窒化法によって、高クロム鋼に対しても良好な窒化層を形成させることができる。

【0005】 上記窒化処理方法は、一般に、図2に示すような窒化処理炉で行われる。この窒化処理炉は、炉の前側(図では左側)に開閉扉41が設けられ、内部が処理室50となった1室型の炉である。図において、42はヒータであり、43は搬送用金具であり、44は炉内雰囲気を攪拌するファンである。また、45は窒化雰囲気ガスを供給する NH_3 ガス供給配管、46はフッ素系ガスを供給する NF_3 ガス供給配管、47は N_2 ガス供給配管である。そして、45a、46a、47aは、それぞれ NH_3 ガス供給バルブ、 NF_3 ガス供給バルブ、 N_2 ガス供給バルブである。また、48は排ガス配管であり、49は排ガスを無毒化する排ガス処理装置である。この窒化処理炉は、1室の処理室50で加熱、フッ化処理、窒化処理、冷却の全プロセスを行うようになっている。したがって、設備費用は安価であるが、バッチ処理となるため、生産性が極めて悪いという問題がある。

【0006】 そこで、処理の生産性を向上させるために、図3に示すような窒化炉装置も提案されている。この窒化炉装置は、炉の中央部が開閉可能な隔壁31で2分割されており、この隔壁31の前側(図では左側)がフッ化処理と窒化処理が行われる処理室32に形成され、後側(図では右側)が冷却室33に形成されている。また、上記処理室32の前側面には、被処理物を装入する装入扉34が設けられ、冷却室33の後側面に

は、被処理物を排出する排出扉35が設けられている。そして、上記処理室32および冷却室33の床面には、それぞれ装入された被処理物を搬送するための搬送手段（コンベア）36a、36bが設けられている。そして、上記冷却室33にはN₂ガス供給配管47が接続され、N₂ガスで被処理物を冷却するようになっている。それ以外は図2の装置と同様であり、同じ部分には同じ符号を付している。この装置では、フッ化処理と窒化処理をひとつの処理室32で行い、窒化処理が終了した後に被処理物を冷却室33に搬送して冷却することにより、生産能率の向上を図るようにしている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記装置では、被処理物の表面に水分や空気が吸着したまま炉内に装入されることから、上記吸着水分等が、被処理物の加熱により放出されて不純物ガスとなって雰囲気中に混入し、しかも高温になるほど放出量が増加する。そして、フッ化処理により酸化皮膜が除去されて活性化された被処理物の表面が、上記不純物ガスによって再酸化される。このように、被処理物表面が再酸化されると、再び表面に不動態皮膜が形成されて窒素原子の浸透が阻まれ、窒化むらが起こりやすくなるという問題がある。

【0008】また、上記装置では、フッ化処理と窒化処理とを同じ処理室32で行うため、窒化処理を終えて次の被処理物を処理室32内に装入した場合に、その被処理物は、窒化処理温度（550～580℃）付近の480～500℃まで加熱されてしまう。これに対し、フッ化処理に最適な温度範囲は300～400℃であり、それよりも高温ではフッ素系ガスと鉄との反応速度が速くなるため、フッ素系ガスの消費量が多くなるという問題がある。

【0009】このような問題を解消するためには、窒化処理終了後に次の被処理物を装入する前に、予め処理室32内を所定のフッ化処理温度まで冷却しておく必要があるが、このようにすると、チャージ毎に炉内を冷却するのに時間がかかり、生産効率が極めて悪くなるという問題がある。

【0010】さらに、上記装置では、装入扉34を開いてつぎの被処理物を処理室32内に装入する時、装入と同時に外気が処理室32内に巻き込まれ、その侵入空気によって被処理物、炉内壁、治具等の表面も酸化されその酸化物層によってフッ化処理にむらが生じ、窒化むらが生じる原因となっている。また、被処理物同士が接触している面接触部分は、特にフッ化されにくくなり、窒化むらが生じる傾向が顕著である。

【0011】本発明は、このような事情に鑑みなされたもので、フッ化処理ののち窒化処理を行う窒化法において、窒化むらを生じることなく、しかも、高能率で低コストに量産処理できる窒化処理方法およびそれに用いる装置の提供をその目的とする。

【0012】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するため、本発明の窒化処理方法は、被処理物をフッ素系ガス雰囲気下での加熱保持によりフッ化処理して表面酸化皮膜を除去したのち、窒化雰囲気下で加熱保持して窒化処理することにより表面に窒化層を形成させる窒化処理方法であって、上記フッ化処理後窒化処理前に、被処理物を一旦窒化雰囲気下で加熱保持して表面に仮窒化層を形成させる仮窒化処理を行う方法であって、上記仮窒化処理温度 T_1 とフッ化処理温度 T_2 とが下記の式（1）の関係にすることを要旨とする。

【数3】 $T_1 \leq T_2 \dots (1)$

【0013】また、本発明の窒化処理装置は、炉本体内部が開閉可能な隔壁で分割され、フッ化処理室と、このフッ化処理室に上記隔壁を介して連通する窒化処理室と、この窒化処理室に上記隔壁を介して連通する冷却室が形成され、上記フッ化処理室に被処理物を装入する装入扉が設けられるとともに、上記冷却室に被処理物が排出される排出扉が設けられ、上記各室の床面に、それぞれ被処理物を上記フッ化処理室から冷却室まで移動可能な状態で支受する支持台が設けられ、フッ化処理室と窒化処理室に、室内加熱手段および雰囲気ガス攪拌手段が設けられ、フッ化処理室にフッ素系ガス供給パイプと排気パイプとが接続され、上記窒化処理室に窒化雰囲気ガス供給パイプと排気パイプとが接続されていることを要旨とする。

【0014】すなわち、本発明の窒化処理方法は、フッ化処理後窒化処理前に仮窒化処理を行うことにより、フッ化処理後の被処理物最表層のクロム原子を窒素原子と反応させて窒化クロムとして固定する。これにより、被処理物の表面に吸着した水分等の不純物ガスが雰囲気中に混入していたとしても、最表層部分のクロム濃度が低下しているためクロムの再酸化が防止され、不動態皮膜の再生を防ぐ。これにより、窒素原子が浸透しやすくなり、窒化むらが起こらず、高品質の窒化層を形成することができる。

【0015】また、本発明の地下処理方法は、フッ化処理温度 T_1 と仮窒化処理温度 T_2 との関係を $T_1 \leq T_2$ としたことから、フッ化処理の際に被処理物が加熱され過ぎず、高温下でのフッ素系ガスの大量消費という問題がなくなる。

【0016】また、本発明の窒化処理装置では、フッ化処理と窒化処理を別々の処理室で行うようにしたため、被処理物を窒化処理室に装入したときに外気が侵入することがなく、被処理物表面、炉内壁、治具等の表面酸化が防止され、従来のように窒化むらが起こることがない。また、全ての処理室に被処理物が滞留した状態で連続的に処理でき、所定のサイクルタイムで連続的に被処理物が排出されるという高能率の処理が可能となり、低コストで操業性よく連続ガス窒化処理を行うことができ

る。

【0017】

【発明の実施の形態】つきに、本発明の実施の形態を、図面に基いて詳しく説明する。

【0018】図1は、本発明の窒化処理装置の一実施の形態を示している。すなわち、炉本体が開閉可能な隔壁10b、10cによって3室に区切られており、前側

(図示の左側)のフッ化処理室11と、このフッ化処理室11に続く窒化処理室12と、後側の冷却室13とが形成されている。また、上記フッ化処理室11の前側面には、開閉可能な装入扉10aが設けられ、上記冷却室13の後側面には、同じく開閉可能な排出扉10dが設けられている。また、上記フッ化処理室11および窒化処理室12内には、それぞれ昇温用の加熱手段(ヒータ)14および雰囲気ガス攪拌用の攪拌手段(ファン)15が設けられている。さらに、上記各室11、12、13の床面には、被処理物搬送用の搬送手段(トレイブッシャー)16a、16b、16cが設けられている。

【0019】そして、上記フッ化処理室11、窒化処理室12および冷却室13には、それぞれ窒素ガスを供給するN₂ガス供給配管17が接続されている。また、フッ化処理室11および窒化処理室12には、それぞれ窒化雰囲気ガスとしてNH₃ガスを供給するNH₃ガス供給配管19が接続されている。さらに、フッ化処理室11には、フッ素系ガスとしてNF₃ガスを供給するNF₃ガス供給配管18が接続されている。また、フッ化処理室11には、排ガス処理装置21が設けられた排ガス供給配管20が接続され、フッ化処理に用いるフッ素系の有毒ガスを無害化して排出するようになっている。また、窒化処理室12および冷却室13にも、同様に排ガス処理装置21が設けられた排ガス供給配管20が接続されている。図において、17a、17b、17cはN₂ガス供給配管17の供給バルブであり、18aはNF₃ガス供給配管18の供給バルブであり、19a、19bはNH₃ガス供給配管19の供給バルブである。

【0020】この装置においては、被処理物は、装入扉10aを開けてフッ化処理室11に装入され、ここでフッ化処理されたのち隔壁10bを開けて窒化処理室12に搬送されて窒化処理され、そののち、隔壁10cを開けて冷却室13に搬送されて冷却され、最終的に排出扉10dから炉外へ取り出されるようになっている。

【0021】この構成の連続窒化処理装置において、窒化処理はつぎのようにして行われる。すなわち、まず、高クロム鋼部品からなる被処理物は、耐熱鋼製バスケット等に詰められる。そして、装入扉10aを開け、フッ化処理室11に上記被処理物を装入した後、N₂ガス雰囲気中でフッ化処理室11内をバージしながら昇温し、所定のフッ化処理温度T₁(300℃~400℃)に達すると、NF₃ガス供給配管18の供給バルブ18aを開いてNF₃ガスをフッ化処理室11内に導入し、10~

15分間フッ化処理する。このフッ化処理によって被処理物表面の酸化皮膜(不働態皮膜)が除去されるとともに、フッ化膜が形成され表面が活性化する。フッ化処理が終了すると、NF₃ガス供給配管18の供給バルブ18aを閉じ、N₂ガスを供給しながら昇温し、仮窒化処理温度T₂(400~450℃)に達するとNH₃ガス供給配管19の供給バルブ19aを開け、NH₃ガスをフッ化処理室11内に導入し、30~60分間仮窒化処理を行う。

10 【0022】つきに、隔壁10bを開け、被処理物を搬送手段16a、16bにより窒化処理室12に搬送する。このとき、窒化処理室12内は、その直前に窒化処理された被処理物が冷却室13に搬出された直後であり、すでに窒化処理温度T₃(560℃~580℃)に設定されている。そして、被処理物が窒化処理温度T₃まで昇温されたのち、NH₃ガス供給配管19の供給バルブ19bを開け、NH₃ガスが導入され、所定のNH₃ポテンシャルの窒化雰囲気中に設定して所定時間の窒化処理を行う。窒化処理が終了すると、上記供給バルブ19bを閉じ、隔壁10cを開けて、搬送手段16b、16cにより冷却室13まで被処理物を搬送する。つぎに、冷却室13につながるN₂ガス供給配管17の供給バルブ17cを開け、被処理物をN₂ガスにより冷却し、冷却完了後に排出扉10dを開けて被処理物を炉外へ取り出し、一連の処理サイクルが終了する。

30 【0023】以上が本発明の処理サイクルのアウトラインであるが、本発明では、フッ化処理の後にNH₃ガスを添加して仮窒化処理を行うことをポイントとしている。すなわち、フッ化処理終了後、窒化処理に入る前に、予め上記仮窒化処理により被処理物表面のクロム原子を窒素と反応させて、窒化クロム(CrN)として固定し、これによりクロム原子の酸化反応を防止して被処理物の再酸化を防ぐのである。

【0024】ここで、仮窒化処理について詳しく説明する。

【0025】被処理物の表面は、上記フッ化処理により下記の反応が起こり、酸化皮膜(不働態皮膜)が除去されてフッ化膜が形成されている。

【0026】

40 【化1】NF₃ → 1/2 N₂ + 3 F

Fe, O₂ + 6 F → 3 FeF₃ + 2 O₂

Cr₂O₃ + 6 F → 2 CrF₃ + 3/2 O₂

50 【0027】上記フッ化膜は、雰囲気ガス中には、H₂ガスや、H₂O、O₂等の不純物ガスが存在しなければ安定しているが、実際の窒化処理雰囲気中には上記不純物ガスやH₂ガスが存在し、これらのガスにより破壊される。上記不純物ガスは、被処理物や炉壁、治具等の表面に吸着されていたガスが、加熱により表面から放出されたものであり、温度が高くなるほど放出量も増加する。したがって、上記フッ化膜は、炉内温度が高くなる

ほど不純物ガスによって破壊され、被処理物の表面は再酸化されて不動態皮膜が再生することになる。このように不動態皮膜が形成されると、窒化処理の際に窒素原子の浸透が阻まれて窒化むらの原因になる。本発明の仮窒化処理は、上記のような不動態皮膜の再生を防止するものであり、被処理物の最表層のクロム原子を窒素原子と反応させ、窒化クロム(CrN)として固定し、最表層部分のクロム濃度を低下させてクロムの酸化反応を防止してクロム酸化物(不動態皮膜)の再生を防ぎ、その後の窒化処理(550~580℃)を容易にするものである。

【0028】ここで、仮窒化処理温度 T_1 は、380~500℃の温度範囲に設定するのが好ましく、400~450℃の範囲であればさらに好ましい。クロムと酸素の親和力は、クロムと窒素の親和力よりも大きいため、500℃を超える高温では、仮窒化される以前に酸化されてしまい、窒化むらが生じる傾向が強くなるからである。一方、380℃未満では、仮窒化され難くなって窒化処理時に再酸化が生じ、やはり窒化むらが生じやすくなる。

【0029】また、フッ化処理温度 T_2 は、250~450℃の温度範囲でもフッ化の効果が認められるが、300~350℃の範囲に設定することが好ましい。すなわち、フッ素と鉄の反応速度が、温度の上昇に伴って急激に増大することから、フッ化処理温度 T_2 が高温になると、高温下でフッ素系ガスの消費量が多くなるからである。さらに、高温下では被処理物同士の接触面部分に、フッ素系ガスが浸透し難くなり(接触面部分の隙間にフッ素系ガスが浸透する前に反応してしまう)、窒化むらが生じやすくなるという理由もある。一方、フッ化処理温度 T_2 が低すぎると、フッ化反応が起こり難くなって酸化皮膜の除去が不完全になり、やはり窒化むらが生じやすくなる。

【0030】このように、本発明では、仮窒化処理温度 T_1 を380~500℃に設定し、フッ化処理温度 T_2 を300~350℃に設定して、これらの関係を、 $T_1 \leq T_2$ とすることにより、フッ化処理の際に被処理物が加熱され過ぎないようにし、高温下でのフッ素系ガスの大量消費量を防ぎ、しかも効果的に窒化むらを防止するようにしているのである。

【0031】また、上述のように、仮窒化処理をフッ化処理室11で行うようにした場合には、仮窒化処理が安定するという利点がある。すなわち、窒化処理温度 T_3 は、550~580℃の温度範囲に設定され、仮窒化処理温度 T_1 は380~500℃に設定される。上述したように、仮窒化処理が高温では良好な窒化層が得られず、仮窒化処理温度 T_1 を窒化処理温度 T_3 に比べて低く設定し、これらの関係を $T_1 \leq T_3$ とすることにより、フッ化膜が安定して再酸化が有効に防止されるのである。したがって、仮窒化処理温度 T_1 よりも高温に設

定される窒化処理室12ではなく、より低温に設定されるフッ化処理室11において仮窒化処理を行うようにしたものである。なお、フッ化処理室11で仮窒化処理を行う場合には、NF₃ガスによるフッ化を行った直後のフッ化処理室11内にNH₃ガスを吹き込むため、炉内壁、ヒータ14、ファン15、搬送手段16a等は、フッ化、窒化、酸化のいずれにも耐性のある高ニッケル基合金を使用することが望ましい。

【0032】上述の一連の処理サイクルにおいては、被処理物をフッ化処理室11から窒化処理室12に搬送した後、ただちに装入扉10aが開かれ、フッ化処理室11に下記の被処理物が装入され、下記の処理サイクルがスタートする。この際、昇温時間やバージ時間を含め、フッ化処理室11、窒化処理室12での被処理物の滞留時間が、ほぼ同等の時間となり、常にフッ化処理室11、窒化処理室12、冷却室13の全ての処理室に被処理物が滞留した状態で、それぞれの被処理物が下記の処理室に搬送されて連続的に処理されるようになっている。

【0033】本発明の窒化処理装置では、被処理物は、窒化処理室に搬入される前に一旦フッ化処理室11で前処理されるため、窒化処理室12内に外気を巻き込むことがなく、従来のように、炉壁等が酸化することによるNF₃ガスの消費量の増大や、窒化むらといった弊害が生じない。また、全ての処理室に被処理物が滞留した状態で連続的に処理するようにしているため、所定のタクトタイム毎に連続的に被処理物が排出されるという高能率の連続窒化処理が可能となる。

【0034】なお、上記実施の形態例の窒化処理装置では、フッ化処理室11、窒化処理室12、冷却室13の3室を設けたが、これに限定されるものではない。すなわち、フッ化処理室11の挿入扉10aを開けた時の空気の同伴侵入を最小限に抑えるために、フッ化処理室11の前側に、さらにN₂を充填させた取入室(図示せず)を設けるようにしてもよい(すなわち、合計で4室になる)。これにより、被処理物をフッ化処理室11内に装入する前に、一旦上記取入室でN₂雰囲気保持し、フッ化処理室11におけるバージ時間を短縮させ、サイクルタイムを短縮することができるようになる。また、窒化処理室12を仮窒化処理室と本窒化処理室とに分割し(すなわち、合計で4室もしくは5室になる)、仮窒化処理と本窒化処理とをそれぞれ単独で行うようにしてもよい。

【0035】また、上記実施の形態例では、フッ化処理した被処理物を、そのままフッ化処理室11で仮窒化処理を行ったのち、窒化処理室12に搬送して窒化処理を行うようにしたが、これに限定されるものではない。すなわち、フッ化処理終了後の被処理物を、窒化雰囲気中で仮窒化処理温度 T_1 に昇温された窒化処理室12に搬送し、ここで仮窒化処理を行い、そののち窒化処理温度 T_3

、に昇温して窒化処理を行うようにしてもよい。このようにすることにより、NH₃ガスは窒化処理室12だけに導入され、フッ化処理室11にはNF₃ガスだけが導入されてNH₃ガスが導入されることがないため、フッ化処理室11のバージ時間を節約することができる。

【0036】また、上記実施の形態例では、窒化雰囲気ガスとして、NH₃ガスを単独で使用しているが、これに限定するものではなく、上記NH₃ガスに、RXガス等の変成ガスを混合して混合ガスとして使用してもよい。

【0037】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、フッ化処理後窒化処理前に仮窒化処理を行うことにより、フッ化処理後の被処理物最表層のクロム原子を窒素原子との反応により窒化クロムとして固定し、最表層部分のクロム濃度を低下させてクロムの酸化反応を防止して再酸化を防止し、不働態皮膜の再生を防ぐ。これにより、通常のNH₃ガス窒化法では窒化が困難であった高クロム鋼部品に対し、窒化むらを生じさせず、高品質の窒化層を形成させることができるようになる。また、窒化処理室内*20

被処理物：エンジンバルブ

材質：SUH35 (20%Cr)

寸法：φ6mm、重量：40g

治具：材質：ニッケル基耐熱合金

寸法：幅400mm、高さ120mm

窒化装置：フッ化処理室寸法：φ1580、奥行1700mm

窒化処理室寸法：φ1580、奥行1700mm

冷却室寸法：幅1090、高さ1545mm、奥行5000mm

各室壁面、ファン、隔壁、装入扉の内壁面、ヒータ、コンベア

：ニッケル基耐熱合金

設定値：フッ化処理温度T₁：300℃

仮窒化処理温度T₂：300～570℃

窒化処理温度T₃：570℃

フッ化処理時間：75分

窒化処理時間：75分

N₂ガスによる冷却時間：75分以内

タクトタイム：75分

炉内への被処理物の装入量：9000本/ロット

【0040】上記の連続窒化処理装置を用い、上記被処理物の窒化処理を行った結果、いずれの場合でも、窒化むらは全くなく、また、NF₃ガスの消費量は、経済的な水準で実施された。

*に外気が巻き込まれないため、従来のような、被処理物、炉壁等が酸化することによる窒化むらや、フッ素系ガスの消費量の増大といった弊害が生じない。また、全ての処理室に被処理物が滞留した状態で連続的に処理するようにしているため、所定のサイクルタイムで連続的に被処理物が排出されるという高能率の処理が可能となり、低コストで操作性よく連続ガス窒化処理を行うことができる。したがって、本発明を、セルフドリリングスクリュー、タッピングスクリュー、ソケットボルト、六角ボルト、ナット、ワッシャー等のファスナー類や各種のシャフト類、コンプレッサーのベーン類、ピストンリング等の自動車部品等の高クロム鋼部品に適用することにより、どのような形状の部品であっても、また、取扱上どのような治具セッティング状態であっても、効率的に高品質の窒化層を得ることができるようになる。

【0038】つぎに、実施例について説明する。

【0039】

【実施例1】上述した図1に示す実施の形態例の窒化処理装置を用いて、下記の条件で窒化処理を行った。

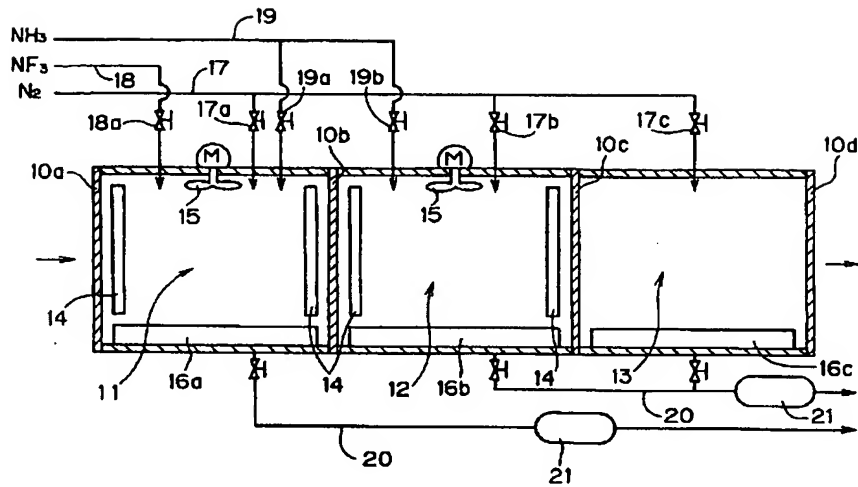
【図面の簡単な説明】

40 【図1】本発明の窒化処理装置を示す説明図である。

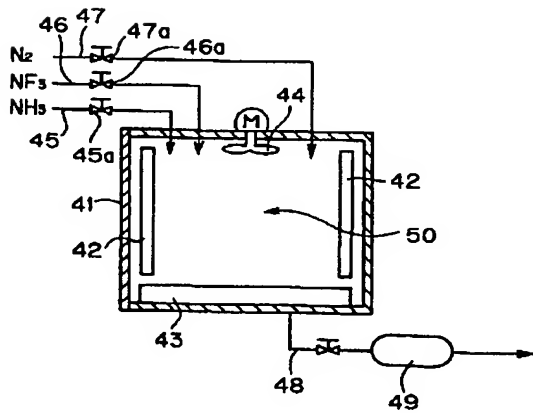
【図2】従来例の窒化処理炉を示す説明図である。

【図3】他の従来例の窒化炉装置を示す説明図である。

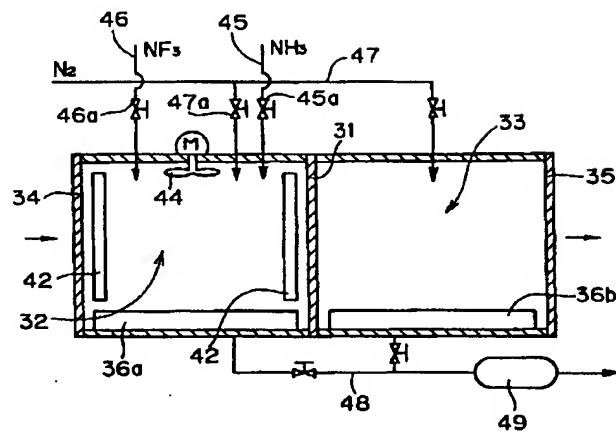
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 白幡 知己
 兵庫県尼崎市中浜町1番8号 大同ほくさ
 ン株式会社尼崎工場内

BEST AVAILABLE COPY